



Minyak kemukus



Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Istilah dan definisi	1
3 Syarat mutu	1
4 Pengambilan contoh	1
5 Cara uji	2
6 Syarat lulus uji	8
7 Pengemasan.....	8
8 Syarat penandaan	8
Lampiran A(normatif) Daftar nomor acak	9
Bibliografi	10



Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) ini merupakan revisi dari SNI 06-1507-2006, *Minyak kemukus* dan standar ini disusun oleh Panitia Teknis 71-01 Teknologi kimia dengan tujuan untuk menunjang ekspor.

Standar ini telah dibahas melalui Rapat Konsensus Nasional di Jakarta pada tanggal 13 Desember 2005 di Jakarta. Hadir dalam rapat tersebut wakil-wakil dari produsen, konsumen, asosiasi, laboratorium pengujian, eksportir dan instansi terkait.



Minyak kemukus

1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan syarat mutu, pengambilan contoh, cara uji, syarat lulus uji, pengemasan dan penandaan minyak kemukus.

2 Istilah dan definisi

2.1

minyak kemukus

minyak yang diperoleh dengan cara penyulingan buah yang sudah matang dan dikeringkan dari tanaman kemukus (*Piper cubeba* Linn.)

3 Syarat mutu

Tabel 1 Syarat mutu minyak kemukus

No	Jenis uji	Satuan	Persyaratan
1	Keadaan		
1.1	Warna	-	Kuning pucat sampai hijau kebiruan
1.2	Bau	-	Khas kemukus
3	Bobot Jenis 20°C/20 °C	-	0,906 – 0,930
4	Indeks bias (n_D^{20})	-	1,4920 – 1,5020
5	Kelarutan dalam etanol 90 %	-	1:1 jernih; 1:2 keruh; seterusnya keruh
6	Putaran optik	-	(-) 43° - (-) 12°
7	Bilangan asam	-	Maks. 1,0
8	Bilangan ester	-	2,0 – 5,6
9	Terpen	%	Maks. 10

4 Pengambilan contoh

4.1 Pengambilan contoh mewakili setiap kemasan

Contoh diambil dari setiap kemasan.

- Ambil contoh dari setiap kemasan dengan suatu alat pipa logam tahan karat atau pipa gelas yang mempunyai panjang 125 cm dan diameter 2 cm. Ujung pipa dapat ditutup atau dibuka dengan suatu sumbat bertangkai panjang.
- Masukkan alat pipa logam ke dalam kemasan, sehingga minyak dapat terambil dari lapisan atas hingga lapisan bawah.
- Ambil contoh empat kali pada empat sudut yang menyilang berhadapan kemudian dicampur menjadi satu dan dikocok.
- Ambil dari campuran tersebut 50 ml untuk dianalisa dan 50 ml lagi sebagai arsip contoh.
- Masukkan contoh ke dalam botol bersih, kering dan tidak mempengaruhi contoh.
- Botol ditutup kemudian disegel dan diberi etiket yang bertuliskan nomor kemasan/lot, tanggal pengiriman contoh, identitas pengambil contoh, nama produsen atau eksportir.
- Tutup kembali kemasan dan disegel setelah pengambilan contoh.

4.2 Pengambilan contoh mewakili lot (maksimum 50 kemasan)

- Ambil contoh dari tiap-tiap kemasan yang dipilih secara acak berdasarkan daftar nomor acak dan berasal dari satu tangki pengaduk, seperti tersebut pada 4.1.
- Ambil contoh sebanyak 30 % dari jumlah kemasan, minimal 5 kemasan per lot. Kemudian contoh dicampur menjadi satu dan dikocok sampai rata.
- Ambil dari campuran tersebut 50 ml untuk dianalisa dan 50 ml untuk arsip contoh.
- Masukkan contoh ke dalam botol bersih, kering, berwarna coklat dan bertutup asah.
- Tutup botol kemudian segel dan diberi etiket yang bertuliskan nomor kemasan/lot, tanggal pengiriman contoh, identitas pengambil contoh, nama produsen atau eksportir.
- Tutup kembali kemasan dan disegel setelah pengambilan contoh.

5 Cara uji

5.1 Keadaan

5.1.1 Warna

5.1.1.1 Prinsip

Metode ini didasarkan pada pengamatan visual dengan menggunakan indra penglihatan langsung, terhadap contoh minyak kemukus.

5.1.1.2 Peralatan

- tabung reaksi kapasitas 15 ml atau 20 ml;
- pipet gondok atau pipet berskala kapasitas 10 ml;
- kertas atau karton berwarna putih ukuran 20 cm x 30 cm.

5.1.1.3 Cara kerja

- Pipet 10 ml contoh minyak kemukus.
- Masukkan kedalam tabung reaksi, hindari adanya gelembung udara.
- Sandarkan tabung reaksi berisi contoh minyak kemukus pada kertas atau karton berwarna putih.
- Amati warnanya dengan mata langsung, jarak pengamatan antara mata dan contoh 30 cm.

5.1.1.4 Penyajian hasil uji

Nyatakan hasil sesuai dengan warna contoh minyak kemukus yang diamati. Apabila contoh minyak kemukus yang diamati berwarna kuning muda, maka warna contoh minyak kemukus dinyatakan kuning muda.

5.1.2 Bau

Metode ini didasarkan pada pengamatan visual dengan menggunakan indra penciuman langsung terhadap contoh minyak kemukus dengan menggunakan kertas penguji (*test paper*).

5.2 Penentuan bobot jenis

5.2.1 Prinsip

Perbandingan antara berat minyak dengan berat air pada volume dan suhu yang sama.

5.2.2 Peralatan

- neraca analitik terkalibrasi dengan ketelitian 0,001 g;
- piknometer berkapasitas 5 ml dan 10 ml, sesuai dengan volume minyak yang tersedia yang dilengkapi dengan termometer yang telah dikalibrasi.

5.2.3 Cara kerja

- Cuci dan bersihkan piknometer, kemudian basuh berturut-turut dengan etanol dan dietil eter.
- Keringkan bagian dalam piknometer tersebut dengan arus udara kering dan sisipkan tutupnya.
- Biarkan piknometer di dalam lemari timbangan selama 3 menit dan timbang (m).
- Isi piknometer dengan air suling sambil menghindari adanya gelembung-gelembung udara.
- Tutup dan keringkan piknometernya.
- Biarkan piknometer di dalam lemari timbangan selama 3 menit, kemudian timbang dengan isinya (m_1).
- Kosongkan piknometer tersebut, cuci dengan etanol dan dietil eter, kemudian keringkan dengan arus udara kering.
- Isi piknometer dengan contoh minyak dan hindari adanya gelembung-gelembung udara.
- Sisipkan tutupnya dan keringkan piknometer tersebut.
- Biarkan piknometer di dalam lemari timbangan selama 3 menit dan timbang (m_2).

5.2.4 Penyajian hasil uji

Bobot jenis $d_{t_1}^{t_1} = \frac{m_2 - m}{m_1 - m}$ dan $d_t^t = d_{t_1}^{t_1} + 0,0007(t_1 - t)$

dengan keterangan:

- m adalah massa piknometer kosong (g);
- m_1 adalah massa piknometer berisi air pada suhu pengerjaan;
- m_2 adalah massa piknometer berisi contoh pada suhu pengerjaan;
- t_1 adalah suhu pengerjaan;
- t adalah suhu referensi (20 °C);
- $d_{t_1}^{t_1}$ adalah pembacaan bobot jenis yang dilakukan pada suhu pengerjaan.

d_t^t adalah bobot jenis pada suhu 20 °C

0.0007 adalah faktor koreksi

5.3 Penentuan indeks bias

5.3.1 Prinsip

Metoda ini didasarkan pada pengukuran langsung sudut bias minyak yang dipertahankan pada kondisi suhu yang tetap

5.3.2 Bahan kimia

air suling

5.3.3 Peralatan

refraktometer

5.3.4 Cara kerja

Alirkan air suling melalui refraktometer agar alat ini berada pada suhu pembacaan akan dilakukan. Sebelum minyak ditaruh di dalam alat, minyak tersebut harus berada pada suhu yang sama dengan suhu dimana pengukuran akan dilakukan. Pembacaan dilakukan bila suhu sudah stabil.

5.3.5 Penyajian hasil uji

Indeks bias $n_D^t = n_D^{t_1} + 0,0004(t_1 - t)$

dengan keterangan:

$n_D^{t_1}$ adalah pembacaan yang dilakukan pada suhu pengerjaan

n_D^t adalah indeks bias pada suhu 20 °C

t_1 adalah suhu yang dilakukan pada suhu pengerjaan

t adalah suhu referensi (20 °C)

0,0004 adalah faktor koreksi

5.4 Penentuan putaran optik

5.4.1 Prinsip

Metode ini didasarkan pada pengukuran sudut bidang dimana sinar terpolarisasi diputar oleh lapisan minyak yang tebalnya 10 cm pada suhu tertentu.

5.4.2 Bahan kimia

Air suling

5.4.3 Peralatan

- polarimeter dengan ketelitian 0,5 mrad ($\pm 0,03^\circ$) yang ditempatkan dan dipergunakan dalam ruang gelap dengan kondisi stabil;
- sumber cahaya menggunakan lampu natrium atau alat lain yang menghasilkan sinar monokromatik dengan panjang gelombang $589,3 \text{ nm} \pm 0,3 \text{ nm}$;
- tabung polarimeter berukuran $100 \text{ mm} \pm 0,05 \text{ mm}$.

5.4.4 Cara kerja

- Nyalakan sumber cahaya dan tunggu sampai diperoleh nyala yang penuh.
- Isi tabung polarimeter dengan contoh minyak, usahakan agar gelembung – gelembung udara tidak terdapat didalam tabung.
- Letakkan tabung didalam polarimeter dan bacalah putaran optik dekstro (+) atau levo (-) dari minyak, pada skala yang terdapat pada alat.
- Catat hasil rata – rata dari sedikitnya tiga kali pembacaan. Masing-masing pembacaan tidak berbeda dari $0,08^\circ$.

5.4.5 Penyajian hasil uji

Putaran optik harus dinyatakan dalam derajat lingkaran sampai mendekati $0,01^\circ$. Putaran optik dekstro harus diberi tanda positif (+) dan putaran optik levo harus diberi tanda negatif (-).

5.5 Penentuan kelarutan dalam etanol

5.5.1 Prinsip

Kelarutan minyak kemukus dalam etanol absolut atau etanol yang diencerkan yang menimbulkan kekeruhan dan dinyatakan sebagai larut sebagian atau larut seluruhnya. Berarti bahwa minyak tersebut membentuk larutan yang bening dan cerah dalam perbandingan – perbandingan seperti yang dinyatakan.

5.5.2 Bahan kimia

- a) etanol 90 %.
- b) larutan pembanding untuk kekeruhan yang baru saja dibuat dengan menambahkan 0,5 ml larutan perak nitrat 0,1 N kedalam 50 ml larutan natrium khlorida 0,0002 N dan dikocok. Tambahkan satu tetes asam nitrat encer (25%) dan amati setelah 5 menit . Lindungi terhadap sinar matahari langsung.

5.5.3 Peralatan

- a) labu ukur 50 ml;
- b) gelas ukur bertutup 10 ml atau 25 ml.

5.5.4 Cara kerja

- a) Tempatkan 1 ml contoh minyak dan diukur dengan teliti di dalam gelas ukur yang berukuran 10 ml atau 25 ml.
- b) Tambahkan etanol 90 %, setetes demi setetes. Kocok setelah setiap penambahan sampai diperoleh suatu larutan yang sebening mungkin.
- c) Bila larutan tersebut tidak bening, bandingkan kekeruhan yang terjadi dengan kekeruhan larutan pembanding, melalui cairan yang sama tebalnya.
- d) Setelah minyak tersebut larut tambahkan etanol berlebih karena beberapa minyak tertentu mengendap pada penambahan etanol lebih lanjut.

5.5.5 Penyajian hasil uji

Hasil uji dinyatakan sebagai berikut:

Kelarutan dalam etanol 90 % = 1 volume dalam Y volume, menjadi keruh dalam Z volume.

Bila larutan tersebut tidak sepenuhnya bening, catat apakah kekeruhan tersebut “lebih besar dari pada”, “sama” atau “lebih kecil dari pada “ kekeruhan larutan pembanding

5.6 Penentuan bilangan asam

5.6.1 Prinsip

Asam-asam bebas dinetralkan dengan larutan terstandar kalium hidroksida etanol.

5.6.2 Bahan kimia

- a) etanol 95 % (v/v) yang dinetralkan dengan larutan kalium hidroksida (KOH) dengan menggunakan indikator fenolftalein (pp);
- b) fenolftalein (pp), larutan 2 g/l dalam etanol 20 % (v/v) yang telah dinetralkan;
- c) larutan kalium hidroksida (KOH) 0,1 N dalam etanol yang telah distandardisasi.

5.6.3 Peralatan

- a) neraca analitik terkalibrasi dengan ketelitian 0,001 g;
- b) labu erlenmeyer kapasitas 100 ml;
- c) buret kapasitas 2 ml dengan skala dalam seper seratus milimeter.

5.6.4 Cara kerja

- a) Timbang $2 \text{ g} \pm 0,5 \text{ mg}$ contoh minyak dalam labu erlenmeyer 100 ml, tambahkan 5 ml etanol netral
- b) Tambahkan 5 tetes larutan fenolftalein sebagai indikator
- c) Titrasi larutan tersebut dengan kalium hidroksida 0,1 N sampai warna merah muda yang stabil

5.6.5 Penyajian hasil uji

$$\text{Bilangan asam} = \frac{56,1 \times V \times N}{m}$$

dengan keterangan:

56,1 adalah bobot setara KOH;
 V adalah volume larutan KOH yang diperlukan (ml);
 N adalah normalitet larutan KOH (N);
 m adalah massa contoh yang diuji (g).

5.7 Penentuan bilangan ester**5.7.1 Prinsip**

Ester-ester dihidrolisis dengan larutan standar kalium hidroksida berlebih pada kondisi panas. Kelebihan alkali ditetapkan dengan titrasi kembali dengan asam klorida.

5.7.2 Bahan kimia

- a) etanol 95 % (v/v) yang baru dinetralkan dengan larutan alkali, dengan menggunakan larutan indikator fenolftalein (pp);
- b) larutan kalium hidroksida (KOH) 0,5 N dalam etanol;
- c) larutan standar volumetri asam klorida (HCl) 0,5 N;
- d) larutan fenolftalein (pp) 1% dalam etanol.

5.7.3 Peralatan

- a) labu penyabunan, terbuat dari gelas dengan leher kaca asah yang tahan terhadap alkali, berkapasitas 250 ml, dapat dilengkapi dengan sebuah pipa kaca, panjangnya paling sedikit 1 m, dan diameter sebelah dalam 1 cm, yang digunakan sebagai kondensor refluks atau bila perlu sebagai oendingin refluks. Pasanglah tabung berisi penyerap karbon dioksida pada pendingin selama pendinginan

- b) gelas ukur 5 ml;
- c) buret standar 50 ml;
- d) pipet standar 25 ml;
- e) penangas air;
- f) neraca analitik terkalibrasi dengan ketelitian 0,001 g.

5.7.4 Cara kerja

- a) Pengujian blanko
 - Isi labu penjabunan dengan beberapa potong batu didih atau porselen, lalu tambahkan 25 ml larutan kalium hidroksida 0,5 N dalam alkohol.
 - Refluks dengan hati-hati di atas penangas air mendidih selama 1 (satu) jam setelah larutan mendidih. Diamkan larutan hingga menjadi dingin.
 - Lepaskan kondensor refluks dan tambah 5 tetes larutan fenolftalein dan kemudian titrasi dengan HCl 0,5 N sampai diperoleh perubahan warna.
- b) Pengujian contoh
 - Timbang contoh $2 \text{ g} \pm 0,005 \text{ g}$ dan masukkan ke dalam labu dilarutkan dalam 5 ml etanol kemudian dinetralkan dengan kalium hidroksida 0,5N, tambahkan 25 ml kalium hidroksida 0,5 N dan batu didih.
 - Refluk diatas penangas air selama 1 jam.
 - Lepaskan kondensor refluks, tambahkan 5 tetes larutan fenolftalein, dan titrasi dengan HCl 0,5 N sampai diperoleh perubahan warna.

5.7.5 Penyajian hasil uji

Bilangan ester (E) dihitung dengan rumus:

$$E = \frac{56,1 (V_0 - V_1) N}{m}$$

dengan keterangan:

56,1 adalah bobot setara KOH;
 V_0 adalah volum HCl yang digunakan dalam penentuan blanko (ml);
 V_1 adalah volume HCl yang digunakan untuk contoh (ml);
 M adalah massa dari contoh yang diuji (g);
 N adalah normalitet HCl (N).

5.8 Penentuan terpen menggunakan kromatografi gas

5.8.1 Prinsip

Terpen dan komponen – komponen minyak kemukus dipisahkan dengan teknik kromatografi gas.

5.8.2 Bahan kimia

Bahan pembanding standar.

5.8.3 Peralatan

- a) Instrumen kromatografi gas lengkap terdiri dari:
 - Tabung gas berisi gas nitrogen "HP" dengan regulatornya.
 - Tabung gas berisi gas hidrogen dengan regulatornya.
 - Tabung gas berisi gas udara dengan regulatornya.
 - Kolom kapiler 25 m.

- b) Detektor ionisasi nyala (*flame ionization detector FID*)
- c) Rekorder integrator
- d) Alat suntik dengan volume 1 mikroliter

5.8.4 Kondisi analisis

- a) Panjang kolom: Silica, panjang 25 m, diameter 0,25 mm.
- b) Isi kolom-fasa diam: carbowax 20 M
- c) Fasa gerak: nitrogen
- d) Kecepatan alir: 1 ml / menit
- e) Detektor: flame ionization detector
- f) Suhu detektor: 250°C
- g) Kecepatan alir hidrogen: 30 ml / menit
- h) Kecepatan alir gas tekan: 300 ml / menit
- i) Atenuasi: Disesuaikan
- j) Suhu injektor: 200 °C
- k) Sistem kolom: * Suhu awal: 50 °C, (dipertahankan selama 5 menit)
* Suhu akhir: 200 °C
* Kenaikan suhu: 3°C/ menit
* Volume contoh: 0,5 mikroliter
* Kecepatan kertas: 0,25 cm/ menit
* Split ratio: 1 : 100 ml

5.8.5 Cara kerja

- a) Hidupkan alat kemudian atur kondisinya seperti pada 5.8.4.
- b) Suntikkan contoh sebanyak 0,5 mikroliter.
- c) Setelah suhu akhir tercapai, pertahankan selama 10 menit.
- d) Matikan alat.

5.8.6 Penyajian hasil uji

Kadar terpen dinyatakan dalam prosen.

6 Syarat lulus uji

Contoh dinyatakan lulus uji apabila memenuhi persyaratan butir 4.

7 Pengemasan

Minyak kemukus dikemas dalam wadah tertutup rapat, tidak mempengaruhi dan tidak dipengaruhi isi, aman selama penyimpanan dan pengangkutan.

8 Syarat penandaan

Pada kemasan diberi label yang memuat keterangan minimal :

- a) produksi indonesia;
- b) nama barang;
- c) nama perusahaan;
- d) nomor kemasan;
- e) nomor lot;
- f) berat bersih;
- g) berat kotor;
- h) titik nyala (*flash point*);
- i) dan lain – lain keterangan yang diperlukan.

Lampiran A
(normatif)
Daftar nomor acak

Tabel A.1 Daftar nomor acak

Baris (Line)	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)
1	78994	36244	36273	25475	84953	61793	50243	63423
2	40909	58485	70369	93930	34880	73059	06825	80257
3	46582	73570	33004	61795	86477	46736	60640	70345
4	29242	89792	88694	60285	07190	07796	27011	85941
5	68104	81339	97090	20601	78940	20233	22803	96070
6	17156	02182	82504	19130	93747	80910	78260	25136
7	50711	94789	07171	02103	99057	98775	37997	18325
8	35449	52409	75095	77720	39729	03205	09313	43545
9	75622	82729	76916	72657	58992	32756	01154	84090
10	01020	55151	36132	51971	32155	60935	64867	35424
11	08327	89989	24260	08613	66798	25339	62860	57375
12	76829	41229	19706	30094	69430	92399	93749	22081
13	89708	30641	21267	56501	95182	72442	21445	17276
14	89836	55817	56747	75195	06813	80343	47403	47403
15	25903	61370	66081	54076	67442	52964	23323	02718
16	71345	03422	01015	58025	19703	77313	04555	83425
17	61454	92263	14647	08473	34124	10740	40039	05620
18	80376	09109	30470	40200	46558	61742	11543	92121
19	45144	54373	05505	90074	24783	86299	80900	15155
20	12191	88527	58852	51175	11534	87215	04876	85584
21	62936	59120	73957	35969	21698	47287	39394	08778
22	31588	96798	43668	10111	01714	77255	56079	24690
23	29787	96048	84726	17512	39450	43618	30629	24356
24	45603	00745	84635	43079	52724	14262	05760	89373
25	31606	64782	34027	56734	09365	20009	93559	73384
26	10452	33074	76718	99556	10026	00013	78411	95107
27	37016	64633	67301	50949	91298	74903	73631	57897
28	66726	93685	25409	37498	00816	99262	14471	10232
29	07380	74438	82120	17890	40963	55757	13492	68294
30	71621	57683	58256	47702	74724	89419	03025	63519
31	03466	13263	23917	20417	11315	52305	33072	07723
32	12692	32931	97387	32822	57775	92674	76549	37635
33	52192	30491	44998	17833	94663	23062	95725	38463
34	56691	72529	44998	73570	86860	682125	40436	31303
35	74952	43042	66063	15677	18573	43520	97521	83248
36	18752	43693	58869	53017	22661	39610	63795	02622
37	61691	04914	32867	28325	82319	65589	96046	98498
38	49197	63948	43111	60207	70667	39343	60607	15328
39	19436	87291	78947	75859	76501	93946	95714	92518
40	39143	61803	71584	13543	09621	63301	69817	52140
41	82244	67549	14606	09756	71494	91307	61222	66592
42	59427	56155	76491	23708	97999	40131	52060	90390
43	94095	95770	42878	25991	37584	56966	68623	83454
44	11751	69469	07826	44097	07511	88976	30122	67542
45	69902	03995	25521	11758	64968	61902	32121	23165
46	21680	25352	27821	92161	23592	43921	10479	37879
47	75350	46992	25556	55906	62339	33968	91717	15756
48	29643	22085	25165	69675	20251	39641	65786	30689
49	82749	23443	42581	25514	32827	35325	93268	32911
50	36342	42092	52075	83926	42815	71500	69216	01390

Bibliografi

ISO 3756 – 1976 (E) Oil of cubeb

ISO 279 – 1998 (E) Essential oils – Determination of relative density at 20°C Reference method.

ISO 280 : 1998 (E) Essential oils – Determination of refractive index.

ISO 875 : 1999 (E) Essential oils – Evaluation of miscibility in ethanol ISO 592 : 1998.

ISO 592 : 1998 (E) Essential oils – Determination of optical rotation.

ISO 1242 : 1999 (E) Essential oils – Determination of acid value.

ISO 709 : 2001 (E) Essential oils – Determination of ester value.







BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.or.id